

М. А. Боровых^{1*}, Д. С. Чезганов¹, О. А. Чикова^{1, 2}, А. А. Капустина²

¹Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, Екатеринбург

²Уральский государственный педагогический университет, Екатеринбург

*klematisworld@gmail.com

ПРОГНОЗИРОВАНИЕ КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ ДЕФОРМИРОВАННЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ СТАЛИ 35ХГФ НА ОСНОВЕ ДАННЫХ EBSD-АНАЛИЗА

Коррозионная стойкость – важнейшая характеристика современных функциональных материалов. В данной работе анализируются возможности метода автоматического анализа картин дифракции обратнорассеянных электронов (EBSD) для прогнозирования коррозионной стойкости по отношению к углеводородам горячекатаных труб из стали 35ХГФ.

Ключевые слова: коррозионная стойкость, сталь 35ХГФ, EBSD-анализ, EDS-анализ.

М. А. Borovykh, D. S. Chezganov, O. A. Chikova, A. A. Kapustina

PREDICTION OF CORROSION RESISTANCE OF THE DEFORMED SEMI-FINISHED PRODUCTS OF STEEL 35ХГФ BASED ON DATA FROM EBSD-ANALYSIS

Corrosion resistance – is the important feature of modern functional materials, in this work presented an analysis of capabilities of EBSD-method for prediction corrosion resistance steel towards hydrocarbons.

Keywords: corrosion resistance, steel 35ХГФ, EBSD-analysis, EDS – analysis.

Коррозионная стойкость – важнейшая характеристика современных функциональных материалов. Априорная оценка коррозионной стойкости материала производится на основании изучения его микроструктуры, фазового состава и кристаллического строения. Выявление и анализ признаков коррозионного разрушения материалов обычно осуществляют посредством оптической и электронной микроскопии, рентгеновского фазового анализа и измерения микротвердости [1–3].

В данной работе анализируются возможности метода автоматического анализа картин дифракции обратнорассеянных электронов (EBSD) для прогнозирования коррозионной стойкости по отношению к углеводородам горячекатаных труб из стали 35ХГФ. Известно, что малоугловые и низкоэнергетические специальные границы

зерен металлических материалов обладают высоким сопротивлением к разрушению [4–5]. Энергия границ зерен играет центральную роль в зернограницной диффузии и в сегрегации примесных атомов [6]. Отсюда увеличение в материале доли малоугловых и специальных границ повышает коррозионную стойкость металла [7–8].

Проведено сравнение результатов EBSD-анализа для металла труб из стали 35ХГФ, прошедших термическую обработку по различным режимам. Конструкционная легированная сталь марки 35ХГФ содержит компоненты в следующем соотношении, мас. % : углерод 0,31–0,38, кремний 0,17–0,37, марганец 0,95–1,25, хром 1,0–1,30, ванадий 0,06–0,12, сера не более 0,035, фосфор не более 0,035. Образцы отобраны от готовых труб в условиях ПАО «Синарский трубный завод» и отличаются режимом термообработки (ТО): образец 1 – нормализация при 910 °С и отпуск при 700 °С в печах скоростного нагрева; образец 2 – отпуск при 700 °С в печах скоростного нагрева; образец 3 – нормализация при 910 °С; образец 4 – длительный отпуск при 700 °С. Исследование микроструктуры и кристаллического строения образцов проводилось с целью оптимизации режима ТО как способа повышения коррозионной стойкости металла труб к углеводородам. Причиной появления межкристаллитной коррозии ферритных сталей, таких как 35ХГФ, считали возникновение местных искажений кристаллической решетки металла и большеугловых (неспециальных) границ кристаллитов. Возможное возникновение локальной или питтинговой коррозии относили к местам неметаллических включений – оксидов железа, кремния и алюминия. Выбор областей сканирования поэтому осуществлялся с включением дефектов металла технологического происхождения, а именно микроскопических несплошностей, заполненных газом или шлаком. EBSD-исследование поверхности с пространственным разрешением до 20 нм выполнено с помощью сканирующего электронного микроскопа Carl Zeiss AURIGA CrossBeam, использовалась система анализа микродифракции отраженных электронов HKL EBSD Channel 5 (Oxford Instruments, Великобритания). Получение, обработка и анализ полученных данных проводились с помощью программных обеспечений (ПО) IncaEnergy (Oxford, Великобритания), Flamenco Acquisition, Tango (Oxford, Великобритания). EBSD-исследование производилось при ускоряющем напряжении 20 кВ и токе электронного зонда 8 нА. Проводилось сканирование области 20×20 мкм² с шагом 80 нм. Для детального исследования особенностей структурных состояний производилось построение карт ориентации кристаллитов в формализме обратных полюсных фигур с отображением межзеренных и специальных границ, карт фактора Тэйлора и фактора Шмидта, а также гистограммы распределения зерен по размерам и разориентировкам (состоящим из 2000 столбцов шириной 0,3°). Угол толерантности при построении карт выбирали 5°.

Результаты металлографического изучения образцов средствами EDS-анализа позволили выявить наличие оксидных включений и несплошностей размером 1–5 мкм в приповерхностном слое труб. Зафиксировано повышенное содержание углерода в поверхностном слое. Элементный EDS-анализ выявил присутствие Fe, Mn, Si, Cr, Ni и C. Систематических сегрегаций атомов не обнаружено. В образце 2 имеют место протяженные неметаллические включения размером порядка 50 мкм, которые ориентированы от поверхности вглубь трубы. В образце 4 неметаллические включения имеют сферическую форму и размер порядка 1 мкм. Включения предположительно состоят из оксида алюминия Al_2O_3 .

На рис. 1 представлены серия микроструктур (ориентационные карты и карты специальных границ).

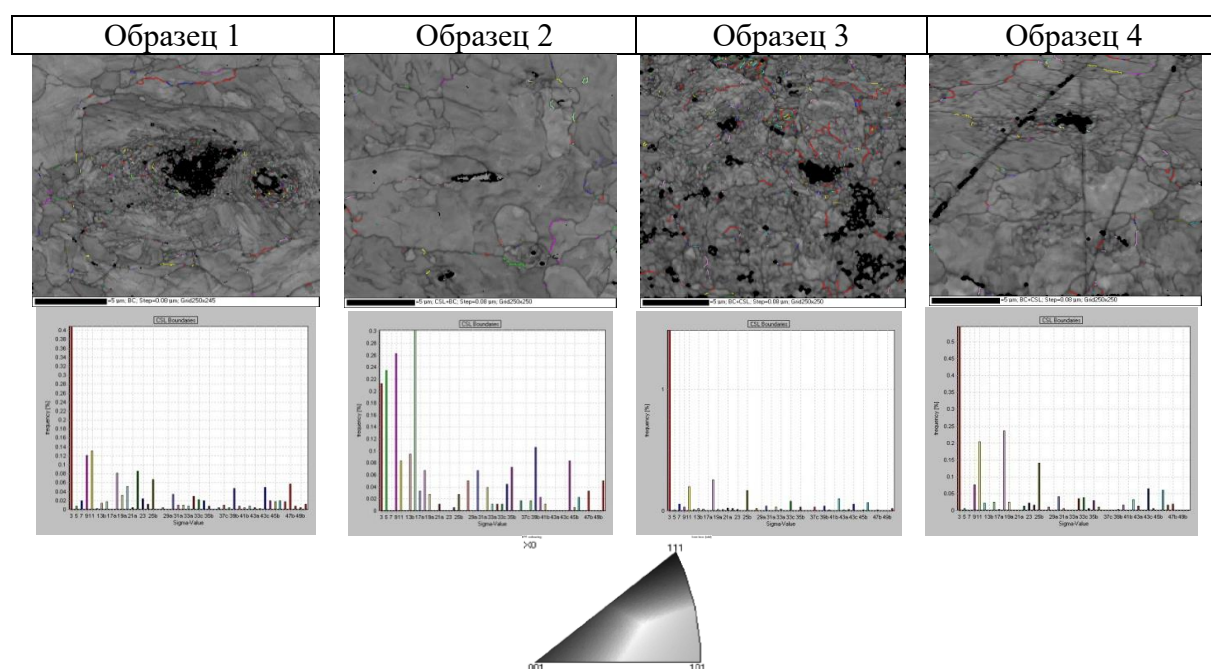


Рис. 1. Ориентационные карты и карты специальных границ

Ориентационные карты представлены в формализме обратных полюсных фигур (inverse pole figure – IPF). Фактически отражено текстурное состояние образцов с использованием метода назначения цветности. Как видно из рис. 1, в наличии широкая цветовая гамма вблизи несплошностей, которая свидетельствует о высокой степени разнонаправленности кристаллитов и слабо выраженной текстуре. Выявленные методом EBSD границы, близкие по критерию Брэндона к специальным границам, выделены освещением, а границы зёрен оставлены в виде тёмных линий. Границы зёрен образуют непрерывную сетку темных линий. Границы двойников не образуют таковой и испытывают на них разрывы. При всем различии рисунков границ зёрен и двойников их удельные доли оказываются примерно одинаковыми. По морфологическим признакам среди двойниковых границ выделяются два

качественно разных типа. Это прямолинейные когерентные границы, как правило, парами пересекающие зерна и формирующие в них протяжённые пластины толщиной $\sim 2\text{--}10$ мкм, и замкнутые, неправильной формы сложно фасетированные границы, выделяющие внутри зёрен множество мелких двойников неправильной формы. Все двойники находятся внутри зёрен и не пересекают межзёренных границ, то есть возникли после того, как в процессе прокатки сформировалась обычная зёрненная структура. Выявленные двойники являются двойниками отжига. Доля специальных границ невелика ($\sim 1,5\text{--}2,0$ %) и наибольшая для микроструктуры образца 4, что свидетельствует о его большей коррозионной стойкости.

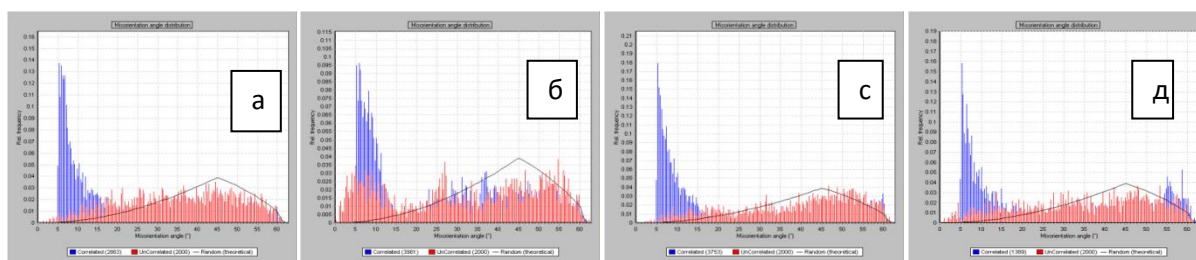


Рис. 2. Гистограммы дезориентации кристаллитов

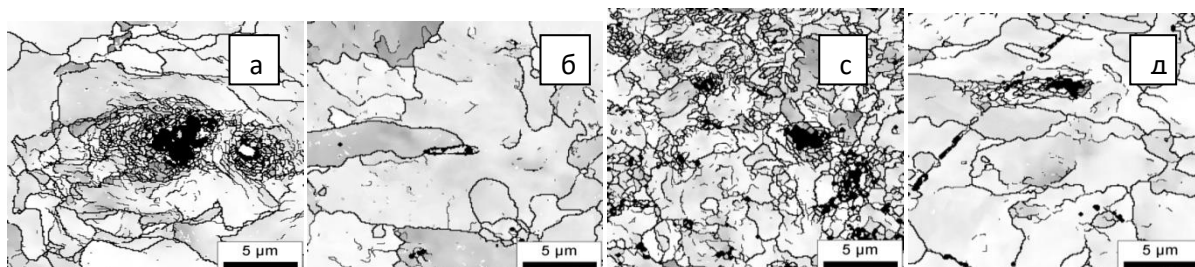


Рис. 3. Карты фактора Шмидта

Методом EBSD также получены гистограммы дезориентации кристаллитов (рис. 2) и построены карты фактора Шмидта для определения степени однородности деформации (рис. 3). На рис. 2 некоррелированные разориентации (красный цвет) показывают разориентации между случайно выбранными точками в наборе данных. Коррелированные разориентации (синий цвет) отображают данные между соседними точками, т.е. распределение границ зерен по углам. Теоретическая кривая показывает, что можно было бы ожидать от случайного набора ориентаций. Разница между некоррелированными разориентациями и теоретической кривой возникает, как правило, за счет сильной текстуры. Исходя из этого критерия, наибольшая текстурированность кристаллитов обнаружена для образца 2 (рис. 2, б). Из анализа гистограмм дезориентации кристаллитов (коррелированное распределение) видно, что для образца 3 характерно наличие большей доли малоугловых границ, что свидетельствует как о высокой пластичности металла, так и о его повышенной коррозионной стойкости (рис. 2, с).

Карты фактора Шмидта используются для определения степени однородности возможной деформации. При наличии внешней нагрузки, например в процессе эксплуатации, деформации начнут развиваться в светлых зернах и постепенно переходить на темные. При внешнем механическом нагружении у кубических кристаллов с ОЦК-типом решетки, таких как α -Fe, может иметь место пластическая деформация скольжением. Поэтому карты фактора Шмидта построены для системы деформаций (системы скольжения), характерной для ОЦК-кристаллов: $\{110\}\langle 111\rangle$ при направлении нагружения \parallel оси (OZ). Как видно из рис. 3, вблизи несплошностей ввиду местных искажений кристаллической решетки металла в наличии широкая гамма степени серого цвета, которая свидетельствует о невысокой деформационной однородности металла и высокой вероятности развития питтинговой коррозии. Наибольшей деформационной однородностью характеризуется карта фактора Шмидта для образца 3, что является косвенным свидетельством его большей коррозионной стойкости и в отношении межкристаллитной коррозии.

Таким образом, показана принципиальная возможность применения метода автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD), прогнозирование коррозионной стойкости металлических материалов. Исследование проведено для деформированных полуфабрикатов из стали 35ХГФ, прошедших термическую обработку по различным режимам. Показано, что в методе EBSD основным инструментом анализа коррозионной стойкости металлических материалов является построение гистограмм дезориентации кристаллитов и карт фактора Тейлора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Структура и коррозия металлов и сплавов. М.: Металлургия (1989). 400 с.
2. ГОСТ Р 9.905-2007. Единая система защиты от коррозии и старения. Методы коррозионных испытаний. Общие требования. Стандартиформ. М., (2007). 18 с.
3. ГОСТ 9.908-85. Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы и сплавы. Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости. Межгосударственный стандарт. ИПК Издательство стандартов. М. (1999). 16 с.
4. T. Watanabe. Trans.Jap.Inst.Metals, 27, 73 (1984).
5. T. Watanabe. Mater. Sci. and Eng. V.A., 166, 11(1993).
6. Х. Мерер. Диффузия в твердых телах. Изд. дом «Интеллект», Долгопрудный (2011). 536 с.
7. P. Lin, G. Palumbo, U. Erb, Scripta Metal. of Mater., 33, 9,1387(1995).
8. G. Palumbo, P.J. King, K.T. Aust Scripta Metal. of Mater., 25,1775(1991).